

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 280 048 A1

4(51) B 02 C 7/04 5706 B
B 01 F 7/10
B 01 F 7/26

PATENTAMT der DDR

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 02 C / 326 022 0

(22) 24.02.89

(44) 27.06.90

(71) Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle, 4010, DD

(72) Henrichs, Günther, Dipl.-Ing.; Koch, Manfred, Dipl.-Chem.; Matschiner, Hermann, Prof. Dr. Dipl.-Chem.; Reichelt, Klaus, Dr. Dipl.-Chem., DD

(54) Vorrichtung zur Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten

(55) Behälter; Scheiben, horizontal übereinanderliegend; Stiftreihen; Scheibe, feststehend; Scheiben, angetrieben, gegenläufig angetrieben

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten. Erfindungsgemäß sind zur Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten in einem Behälter mit ein bis mehreren Bewehrungen zwei horizontal übereinanderliegende Scheiben mit Öffnungen und konzentrischen Stiftreihen angeordnet, deren Stifte jeweils in die Zwischenräume der Stifte der gegenüberliegenden Scheibe eingreifen, wobei eine der Scheiben feststeht und eine angetrieben wird oder beide gegenläufig angetrieben werden. Zudem ist es in vielen Fällen günstig, unterhalb der Scheiben zusätzlich ein axial wirkendes Förderorgan anzubringen. Die Erfindung ist in der chemischen Industrie für Prozesse, bei denen Feststoffe zu Flüssigkeiten umzusetzen sind, einsetzbar.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Patentansprüche:

1. Vorrichtung zum Umsetzen von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten, **gekennzeichnet dadurch**, daß in einem Behälter mit einer bis mehreren Bewehrungen zwei horizontal übereinanderliegende Scheiben mit Öffnungen und mehreren konzentrischen Stiftrihen angeordnet sind, deren Stifte jeweils in die Zwischenräume der Stifte der gegenüberliegenden Scheibe eingreifen, wobei eine der Scheiben feststeht und eine angetrieben wird oder beide Scheiben gegenläufig angetrieben werden und gegebenenfalls ein axial wirkendes Förderorgan unterhalb der Scheiben angebracht ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Stifte der Scheiben auswechselbar sind.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Stifte hinsichtlich ihrer Größe und Form sowie ihres Werkstoffes variierbar sind.
4. Vorrichtung nach Anspruch 1-3, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Drehzahl der rotierenden Scheibe/Scheiben regelbar ist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Für Umsetzungen mit Feststoffen ist einerseits deren Oberflächengröße und -beschaffenheit, andererseits ein intensives Vermischen sehr wichtig.

Zum Mischen von Feststoffen mit Flüssigkeiten steht eine Vielzahl von Rührertypen zur Verfügung (z. B. Blatt-, Anker-, Propeller-, Turbinen-, Balken-, Korb-, Impeller-, Band-, Schnecken-, Schrauben-, Schaufel- oder Kreuzblattrührer).

Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden Teil 4/1, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1978

Eine völlige Homogenisierung des Rührgutes, die für einen optimalen Umsatz erforderlich ist, kann jedoch mit den bekannten Rührwerken vielfach nicht erreicht werden.

In vielen Fällen werden die umzusetzenden Feststoffe extern mechanisch zerkleinert. Die feingemahlten Stoffe werden dann in speziellen Reaktoren umgesetzt. In der Technik kommen sehr unterschiedliche Mahlwerke zum Einsatz.

Vauck/Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, Verlag Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1966

Von Nachteil bei dieser Behandlung ist, daß ein großer Teil der zugeführten Energie in Wärme umgewandelt wird und nicht zur Aktivierung der Feststoffe zur Verfügung steht. Unter diesem Aspekt ist die sogenannte Naßmahlung weit günstiger.

Bekannte Vorrichtungen zum Feinmahlen und Homogenisieren sind sogenannte Desintegratoren. Nach DE 2254773 besteht ein solcher aus einem feststehenden Teller und einer drehbaren, axial verschiebbaren Scheibe in einem Pump- und Mahlkasten, durch den die Suspension gepumpt bzw. umgepumpt wird.

Eine andere bekannte Vorrichtung beruht darauf, daß Feststoffe zwischen zwei gegenläufig rotierenden, mit Schlagwerkzeugen ausgerüsteten Rotorscheiben intensiv verwirbelt und danach zur Vermischung mit der flüssigen Komponente in Berührung gebracht werden. (DDR-Pat. 146394)

Nach US-Patent 3815835 ist ein Durchlaufmischer bekannt, der nach dem System der Stiftmühle verschiedene Rohstoffkomponenten miteinander vermischt.

Diese Vorrichtungen, die insbesondere für das Bauwesen entwickelt wurden, sind nicht für Umsetzungen in der chemischen und pharmazeutischen Industrie einzusetzen, wenn es darauf ankommt, sowohl die Feststoffe zu zerkleinern und zu aktivieren als auch die Reaktionspartner intensiv zu vermischen. Auch das Arbeiten mit brennbaren Lösungsmitteln oder unter inerten Bedingungen sowie unter vermindertem oder erhöhtem Druck ist mit den bekannten Vorrichtungen nicht möglich. Selbst die Temperaturkontrolle bei einfachen chemischen Umsetzungen ist nicht gewährleistet.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, chemische Umsetzungen von Feststoffen mit oder in Flüssigkeiten, insbesondere topo- und tribochemische Reaktionen, in einem Schritt und mit hohem Wirkungsgrad durchzuführen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist eine Vorrichtung, die es ermöglicht, bei der Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten sowohl die Feststoffe zu zerkleinern und zu aktivieren als auch die Reaktionspartner intensiv zu vermischen (Mahlrührer).

Erfindungsgemäß sind zur Umsetzung von Feststoffen in oder mit Flüssigkeiten in einem Behälter mit ein bis mehreren Bewehrungen zwei horizontal übereinanderliegende Scheiben mit Öffnungen und konzentrischen Stiftreihen angeordnet, deren Stifte jeweils in die Zwischenräume der Stifte der gegenüberliegenden Scheibe eingreifen, wobei eine der Scheiben feststeht und eine angetrieben wird oder beide gegenläufig angetrieben werden. Zudem ist es in vielen Fällen günstig, unterhalb der Scheiben zusätzlich ein axial wirkendes Förderorgan anzubringen. Die Stifte können auswechselbar sein, um sie hinsichtlich ihrer Form, des Materials und der Größe den jeweiligen Erfordernissen anzupassen. Die zu wählende Drehzahl der Scheibe/Scheiben in der Größenordnung $100-1000 \text{ min}^{-1}$ richtet sich nach dem konkreten Anwendungsfall. Im Betrieb muß die Vorrichtung mit Flüssigkeit/Suspension bedeckt sein. Ein günstiges Verhältnis Rührer- zu Behälterdurchmesser liegt bei etwa 0,5 bis 0,3. Die erfindungsgemäße Vorrichtung (Mahlrührer) bewirkt neben einer intensiven Vermischung der Reaktionspartner in oder mit einer Flüssigkeit eine weitestgehende Zerkleinerung der Feststoffe in der Flüssigkeit und damit eine Vergrößerung der aktiven Oberfläche und eine feinstdisperse Verteilung des Feststoffes in der Flüssigkeit. Dadurch gelingt es, chemische Reaktionszeiten zu minimieren, hohe Umsetzungsgrade bei chemischen Prozessen zu erreichen, höhere Reaktionsgeschwindigkeiten zu erzielen, Feststoffeinschlüsse zu vermeiden und optimale Bedingungen zur Abführung von Wärme bei exothermen Reaktionen zu schaffen. Auch können in entsprechenden Behältern Reaktionen mit brennbaren oder toxischen Stoffen sowie unter erhöhtem oder vermindertem Druck durchgeführt werden.

Ausführungsbeispiel

Beispiel 1:

Figur 1 zeigt einen Schnitt durch die Vorrichtung, die in einer Rührmaschine mit Bewehrungen 1 angeordnet ist (Figur 2). Die die konzentrischen Stiftreihen 2 tragenden, mit Öffnungen 3 versehenen Scheiben 4 und 5 sind horizontal im unteren Teil des Reaktors angeordnet. Unterhalb der rotierenden Scheiben ist zusätzlich ein axial förderndes Rührorgan in Form eines Schrägblatt- oder Propellerrührers 6 installiert. Eine solche Vorrichtung ist beispielsweise geeignet, um Cyanurchlorid als Feststoff mit Methanol als Lösungsmittel und Reaktionspartner in Anwesenheit von Natriumbicarbonat als weiteren Feststoff zu Monomethoxitriazin umzusetzen.

Beispiel 2:

Mittels einer Vorrichtung gemäß Beispiel 1 erfolgt die Aktivierung des Feststoffes durch die Stiftreihen der Scheiben, indem die radial aus dem Mahlührer austretende Suspension an der Behälterwand nach oben und unten umgelenkt wird. Durch das zusätzliche axiale Förderorgan wird die Axialströmung vom Gefäßboden in Richtung Mahlührer unterstützt. Mit diesem Rührorgan wird eine noch intensivere Durchströmung des Mahlührers und damit eine Erhöhung der Mahlwirkung erreicht. Auch bei stark sedimentierenden Feststoffen wird dadurch die Förderung in den Mahlührer gewährleistet. Die Öffnungen in der oberen Scheibe bewirken, daß die nach oben umgelenkte Suspension immer wieder dem Mahlührer zugeführt wird. Die Bewehrungen an der Behälterwand bewirken, daß die axiale Strömungskomponente verstärkt und die Trombenbildung unterdrückt wird.

Beispiel 3:

Cyanurchlorid und eine 50%ige Monoethylamin-Lösung werden bei einer Temperatur zwischen 0 und $+3^{\circ}\text{C}$ und einem pH-Wert von 7,5 in einem Rührbehälter zur Reaktion gebracht. Dabei wird der Grobkornanteil des Cyanurchlorids von $100 \mu\text{m}$ bis $250 \mu\text{m}$ zwischen 0 und 100% variiert. Als Rührer wird einmal ein herkömmlicher Blattrührer, zum anderen die Vorrichtung (Mahlührer) verwendet.

Während beim Einsatz des Blattrührers ein deutlicher Anstieg der Reaktionszeit und eine starke Zunahme des Rest-Cyanurchlorid-Gehaltes bis auf fast 50% mit steigendem Grobkornanteil zu beobachten sind, ist bei Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung die Reaktionszeit bei allen Grobkornanteilen konstant. Der Rest-Cyanurchlorid-Gehalt ist dabei immer Null, d. h., das gesamte Cyanurchlorid wird bei der Reaktion umgesetzt. (s. Bild 3)

280 048

- 3 -

Fig. 1

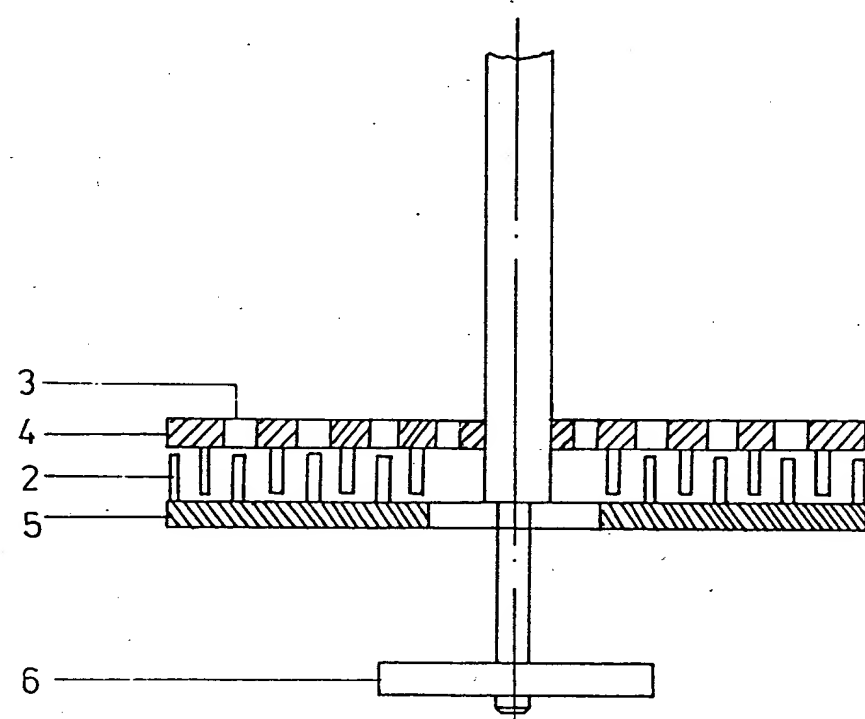


Fig. 2

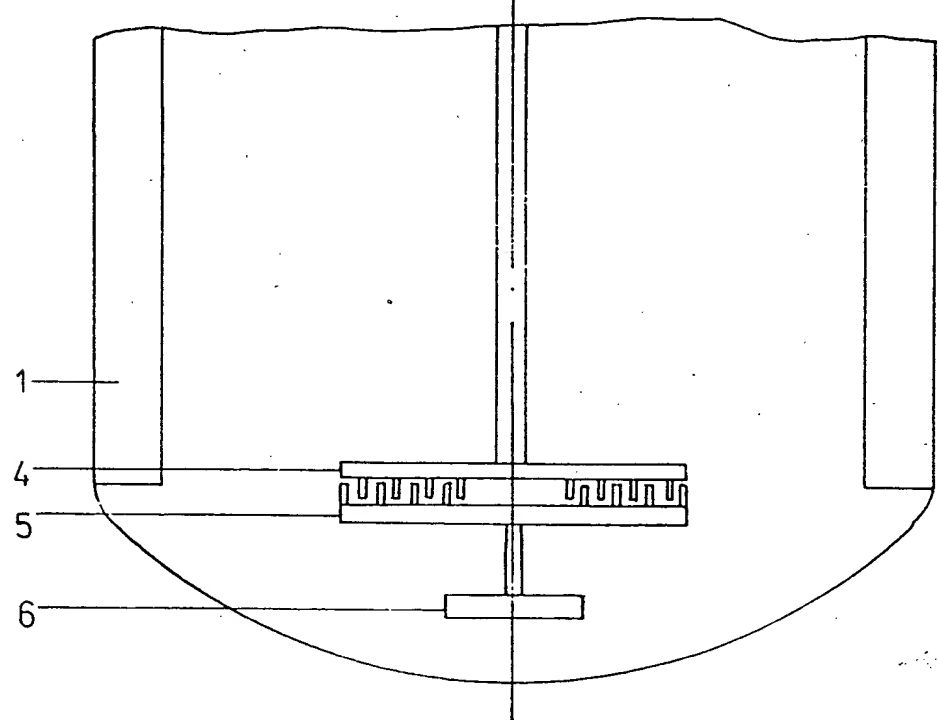


Fig. 2

24.01.1989 * 578 * 93

Fig. 2

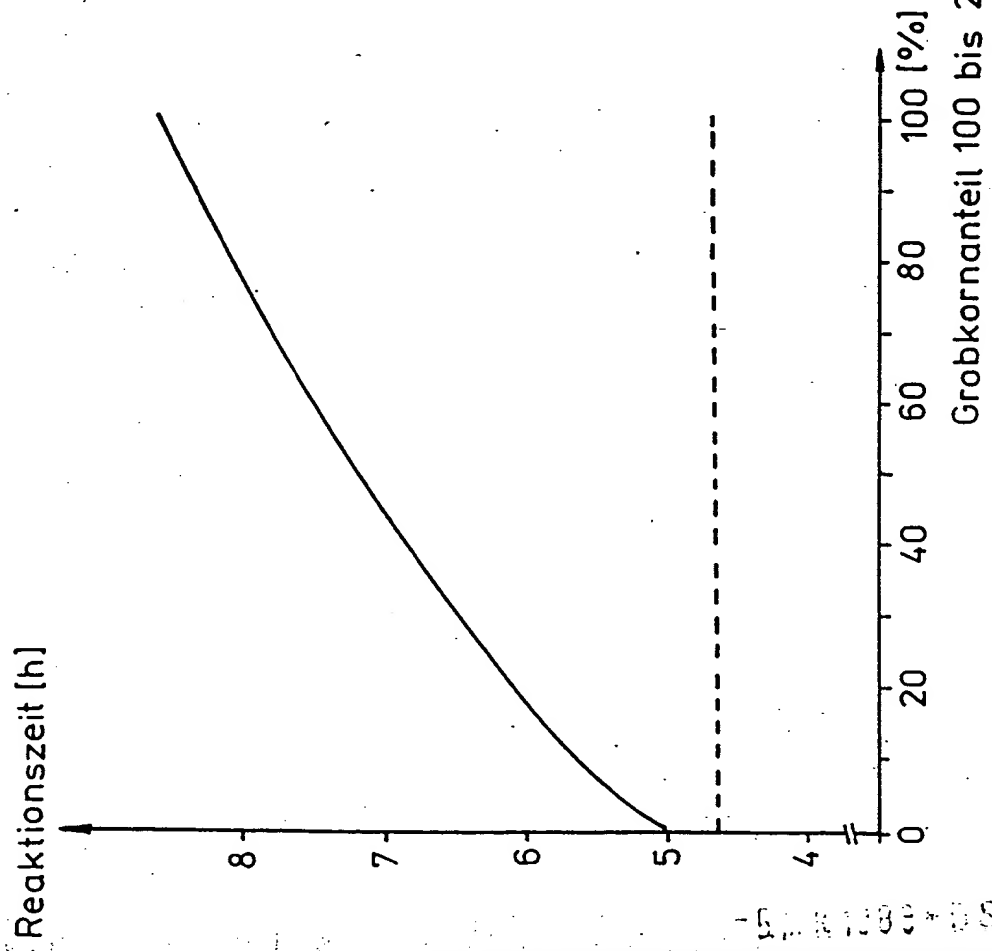
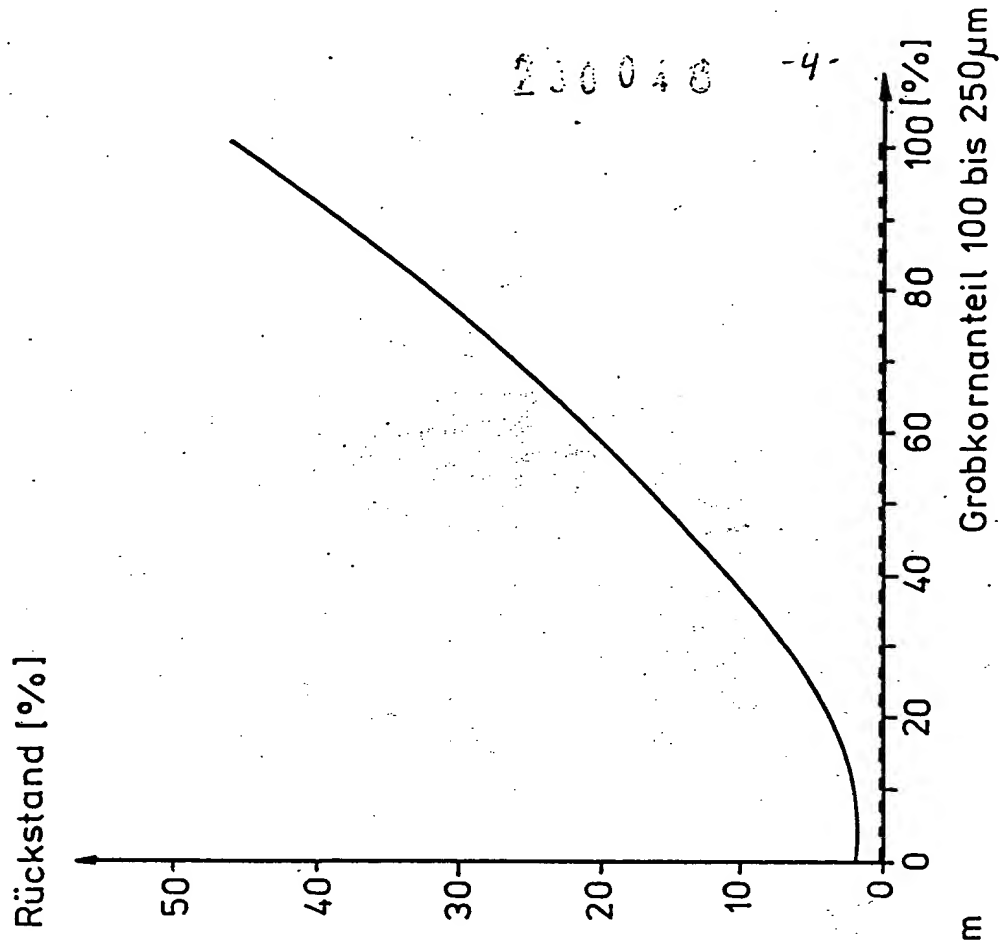


Fig. 3



— Blattrührer

----- Mahlrührer

230040

-4-

5.81283-587237